

(45)発行日 平成13年12月25日(2001.12.25) (24)登録日 平成13年10月19日(2001.10.19)

(51)Int. Cl. G 0 3 G 9/08 9/087	識別記号 3 6 5	F I G 0 3 G 9/08 3 6 5 3 8 1
(21)出願番号 特願平10-24852	(73)特許権者 富士ゼロックス株式会社 東京都港区赤坂二丁目17番22号	請求項の頁 7 (全 20 頁)
(22)出願日 平成10年9月3日(1998.9.3)	(72)発明者 石山 孝雄 神奈川県横浜市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内	
(65)公開番号 特開2000-81721(P2000-81721A)	(72)発明者 岩澤 孝 神奈川県横浜市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内	
(43)公開日 平成12年3月21日(2000.3.21)	(74)代理人 井理士 吉田 研二 (外2名)	
審査請求日 平成11年9月13日(1999.9.13)		

(54)【発明の名称】 静電荷現像用トナー及びその製造方法、現像剤、並びに画像形成方法	最終頁に続く
(57)【特許請求の範囲】 【請求項1】 着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D \cdot (Dt) : (定着時の加熱時間)$ における緩和率 $G(t)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3 \text{ Pa}$ の範囲にあり、かつ緩度が $10 \sim 50 \text{ mS/NH}$ であることを特徴とする静電荷現像用トナー。 【請求項2】 着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 0.1 sec における緩和率 $G(t=0.1)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3 \text{ Pa}$ であり、かつ緩度が $10 \sim 50 \text{ mS/NH}$ であることを特徴とする静電荷現像用トナー。 【請求項3】 前記静電荷現像用トナーに現像剤を配合してなることを特徴とする請求項1又は2記載の静電荷現像用トナー。 【請求項4】 $1 \mu\text{m}$ 以下の樹脂微粒子を分散した樹脂微粒子分散液、及び着色剤及び結着樹脂の溶解粒子分散液を形成し、着色剤及び結着樹脂の溶解粒子分散液を形成した後、前記樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に加熱して融合・合一する静電荷現像用トナーの製造方法において、前記着色剤粒子として、緩度が $10 \sim 50 \text{ mS/NH}$ を有する樹脂微粒子を含有することを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の静電荷現像用トナーの製造方法。 【請求項5】 前記樹脂微粒子分散液を形成した後、樹脂微粒子分散液及び/又は表面修飾のための樹脂微粒子を	

(2)

3

分散させた樹脂微粒子分散液を添加・混合し、前記樹脂粒子表面に前記粒子を付着させ、次いで、前記樹脂粒子中の樹脂微粒子及び前記表面修飾用樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に加熱して融合・合一することを特徴とする請求項4に記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

【請求項6】 キャリアとトナーとを含有する静電荷現像剤において、前記トナーが請求項1～3のいずれか1項に記載の静電荷現像用トナーであることを特徴とする静電荷現像剤。

【請求項7】 静電荷現像剤に静電荷現像剤を形成する工程、現像剤現像剤上の現像剤で前記静電荷現像剤を現像してトナー画像を形成する工程、及び前記トナー画像を転写体上に転写する工程を含む画像形成方法において、前記現像剤が請求項6記載の静電荷現像剤であることとを特徴とする画像形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】
【発明の属する技術分野】 本発明は、電子写真法、静電記録法等により形成される静電荷現像剤で現像するときに用いる静電荷現像用トナー及びその製造方法、現像剤、並びに画像形成方法に関する。

【0002】
【従来の技術】 電子写真法など静電荷現像剤を透過画像情報を読み取る方法は、現在様々な分野で利用されている。電子写真法では帯電、露光工程により感光体上に静電荷を形成し、トナーを含む現像剤で静電荷を現像し、転写、定着工程を経て可視化される。

【0003】 ここで用いられる現像剤には、トナーとキャリアからなる2成分現像剤と、磁性トナー又は非磁性トナーを単独で用いる1成分現像剤とが知られている。トナーの製造には、通常、熱可塑性樹脂を着色剤、帯電剤、ワックスなどの樹脂成分とともに溶解・分散し、冷却して、微粉・分散する。微粉・分散する樹脂成分が一般的に採用されている。トナーは、必要に応じて流動性やクリーニング性を改善するために無機や有機の微粒子をトナー粒子表面に添加することもある。これらの微粒子の添加により、かなり優れたトナーを製造できるが、次のようないくつかの問題点がある。

【0004】 通常の微粉・分散法では、トナーの形状及び表面構造は不定型であり、使用材料の粉砕性や粉砕工程の条件により、それらは微粉に劣化する。トナーの形状及び表面構造を制御することは困難であった。また、微粉・分散法では材料選択の制限に制約がある。具体的には、粉砕前の溶解性樹脂成分が十分に融け、経済的に可能な製造装置で容易に微粉・分散される物でなければならぬ。ところが、その要求を満たすために前記溶解性樹脂成分を低分子化して、トナーはさらに微粉化され、トナーの形状に劣化をきたすことがある。これらの影響は、2

特許第3241003号

4

成分現像剤では前記微粉がキャリア表面に固着し、現像剤の帯電劣化を加速したり、1成分現像剤では微粉分布が拡大してトナー飛散を生じたり、トナー形状の変化により現像性を低下させ、画質の劣化を生ずるという問題があった。

【0005】 また、これら粉砕法によるトナーにワックスなどの樹脂成分を多量に添加しても、熱可塑性樹脂との組み合わせによっては、トナー表面への樹脂成分の露出が抑制されることがある。特に、トナーに配合される高分子成分によりトナーの弾性が増し、やや粉砕されなくなった樹脂と、ポリエチレンのような脆いワックスとの組み合わせでは、トナー表面にポリエチレンの露出が多く見られる。これは定着時の樹脂成分や感光体上からの樹脂成分のクリーニングには有利であるが、トナー表面のポリエチレンが機械力で現像ロール、感光体、キャリアなどの表面に容易に移行して、それらを汚染し、現像性を低下させることになる。

【0006】 さらに、トナー形状が不定型であることにより流動性現像剤を添加しても十分な流動性を確保できないことがあり、機内の機械的せん断力によりトナー表面の微粒子がトナー内部に移動して、流動性現像剤がトナー内部に埋没し、流動性を低下させたり、流動性現像剤がトナー内部に埋没して現像性、転写性、クリーニング性が悪化する。また、クリーニング工程で回収されたトナーを再び現像剤に使用すると、さらに画質が低下する。これらを防ぐために、さらに流動性現像剤を増加すると感光体上に黒点が発生したり、流動性現像剤が飛散するという問題が生ずる。

【0007】 近年、トナー形状及び表面構造を積極的に制御する方法として、特開昭63-282752号公報及び特開平6-250439号公報では乳化重合造粒法によるトナーの製造方法が提案されている。これらは、乳化重合法により樹脂分散液を作成し、他方溶媒に着色剤を分散した着色剤分散液を作成し、これらを混合してトナー粒に相当する凝集体を形成し、加熱することによって融合・合一させるトナーの製造方法である。この方法は、形状をある程度制御でき、帯電性、耐久性の改善を図ることができるが、トナーの内部構造がほぼ均一になることから、定着時の安定性に問題が生じていた。

【0008】 上記のように電子写真プロセスは、様々な機械的ストレス下においてトナーが安定した性能を発揮するためには、樹脂成分のトナー表面への露出を抑制し、かつ定着性を損なわずに表面硬度を高くすると共にトナー自身の機械的強度を向上させ、かつ帯電性と定着性の両立を図ることが重要である。

【0009】 さらに近年では、高画質化のみならず、マシンの高速化や省エネルギー化に対する要求も高まっている。特に、最近需要の増加しているデジタルフルカラー複写機やプリンターにおいてはY(イエロー)、M

(マゼンタ)、C (シアン)、Bk (黒) の各現像剤を用い、減色混合作用を利用して現像するため、白黒像に比し、多量の現像剤を用いて画像を形成することになり、また、従来の中心であつた文字原稿のみならず、写真・絵などベタ画像の複写/プリントも多くなることが認められ、より低温域での定着における高感度性が要求されている。

【0010】前記の要請を満たすために、高速定着時、即ち短時間の加熱・加圧で、トナー画像を紙に定着させることと共に定着ロールでオフセット面を発生させず、かつ、定着後にストレーンにより画像欠損を起すことなく、良画質を得ることが要求される。

【0011】これらに対し、例えば特開平8-101531号公報では、結着剤から極低分子量成分を排除し、かつ低分子量成分及び高分子成分を併用することによって、低定着性とオフセット性の両立を促した方法が提案されている。この方法は、分子量成分による樹脂相担という点ではある程度の効果が得られるであろうが、定着工程における極短時間の加熱の生々の成分の粘性差により、得られた定着画像の表面及び内部が共に均質にはなり難く、グロスむらや折り曲げ等のストレスで欠損が発生しやすくなる。

【0012】また、画像の定着ロールからの剥離いむわな型型について、特にカラー複写機等において、定着ロール表面に離型剤 (多くはシリコンオイル) を均一に散布する方法が多用されている (特開平4-308778号公報等)。しかしながら、延時的な離型剤物質の劣化に伴いその効果が大きく低下したり、定着装置の大型化、複雑化に伴うコストアップ、配材表面への離型剤物質の移行によりポールベットの磨き込みや粘着テープの貼付けが不可能になるといった不具合が生ずる。

【0013】そこで、特開平5-61239号公報では、トナー中に大量の離型剤成分を内包させたオイルレス定着用のトナーを提案している。しかし、多量の離型剤を添加すると、ある程度の離型性が改善されるが、パインダー成分と離型剤とが相溶性を失い、離型剤のしみだれを安定かつ均一に行うことができないため、離型剤の安定性を得ることはできない。また、トナー内部において各材料の分散性は、前述の定着後の紙への密着性や定着ロールからの剥離性、定着後の折り曲げ耐性やグロスのみならず、OHP透明性等の総合的な定着性能に大きく影響する。

【0014】離型剤の分散性を改善する方法としては、例えば特開平2-105163号公報に、極性基を有する樹脂を樹脂の内部に導入し、離型剤の内包性とし、離型剤のしみだれ性を改善し、その内包性を向上させることが提案された。しかし、この方法は、離型剤のしみだれ性のある樹脂の位置の制御や、着色剤の分散性の改善については、効果がほとんど得られず、結果的に定着性を十分に改善することはできな

かった。

【0015】着色剤の分散性を改善する方法としては、特開平4-188156号公報に、パインダー樹脂を構成するモノマー成分やワックス成分等により着色剤の集束を予め処理することが提案された。この方法は、ある程度の着色剤分散性を得ることはできるが、ワックス内への着色剤粒の抱き込みが発生し、トナー内部では割れ、割れないままに着色剤粒子同士が凝集構造が形成される。その結果、前記の各種不具合に加えて、特にOHPの安定な透明性を得ることは難しい。

【0016】このようにトナー画像の紙への密着性、定着ロールからの剥離性、離型剤及び着色剤の分散性等については、トナー及びその構成材料の加熱時の溶融挙動や構造形成制御が重要であるが、一般的には、これらの定量的解析に際して動的粘弾性測定から得られる線形弾性率、緩和時間といった尺度が用いられる。

【0017】一般にトナー等の被測定物に一定歪みを与えた場合、発生した応力は指数減衰的挙動を示すが、この時の初期応力を S_0 、時間 t_1 経過後の応力を S とした場合、 $S = S_0 \cdot e^{-t/t_1}$ と表され、時間 t_1 が t と等しくなる時の時間を緩和時間と定義される。また、線形弾性率とは応力 S を変形量で割った値である。この応力緩和挙動は、結着樹脂の粘弾性や樹脂内に分散された離型剤等の構造、大きさ、量等の影響を大きく受けるため、その溶融状態を緩和挙動、即ち、線形弾性率と緩和時間を用いて表すことができるが、トナー定着時の樹脂挙動及び粘弾性制御に積極的に適用した例は少ない。

【0018】
【發明が解決しようとする課題】本發明は、上記の問題点を解消し、定着シートの剥離性、定着後の付着性、定着後の折り曲げ耐性、トナー内の離型剤分散性、OHP透明性等の定着性能に優れた、かつ高画質な定着画像を提供できる静電荷現像用トナー及びその製造方法、現像剤、並びに画像形成方法を提供しようとするものである。

【0019】
【課題を解決するための手段】本發明等は、上記問題点を克服するために鋭意検討した結果、次の構成を採用することにより、その問題を解決することができ、本發明を完成した。

(1) 着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする静電荷現像用トナー。

【0020】(2) 着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 0.01 sec における緩和弾性率 G ($t = 0.01$) が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa にあり、かつ、緩和弾性率 G ($t =$

0.01) と緩和時間 0.1 sec における緩和弾性率 G ($t = 0.1$) との比 G/G ($G(t=0.01)/G(t=0.1)$) が $1.0 \sim 1.8$ の範囲にあり、かつ値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする静電荷現像用トナー。

(3) 前記静電荷現像用トナーに離型剤を配合してなることを特徴とする前記(1)又は(2)記載の静電荷現像用トナー。

【0021】(4) 前記離型剤が、ASTM D3418-8 に準拠して測定された主成分大ビークが $50 \sim 140$ °C の範囲にあり、かつ、前記の静電荷現像用トナーの、 $10 \sim 50$ mg/g の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする静電荷現像用トナー。

(5) 近近型電子線照射 (TEM) により測定された平均粒径が $150 \sim 1500$ nm の範囲にある離型剤を含有することを特徴とする前記(1)～(4)のいずれか1つに記載の静電荷現像用トナー。

(6) 前記離型剤が、5～25重量部の範囲を含有することを特徴とする前記(4)又は(5)記載の静電荷現像用トナー。

【0022】(7) 透過型電子顕微鏡 (TEM) により測定された前記着色剤の平均粒径が $100 \sim 300$ nm の範囲にあることを特徴とする前記(1)～(6)のいずれか1つに記載の静電荷現像用トナー。

(8) 前記着色剤の含有量が $4 \sim 15$ 重量部の範囲にあることを特徴とする前記(7)記載の静電荷現像用トナー。

(9) 前記トナーの体積平均粒径 D_{50V} が $2 \sim 9 \mu m$ の範囲にあり、かつ、その体積平均粒径分布が $GSDn(D_{50V}/D_{10V})$ が 1.30 以下であり、かつ、その体積平均粒径分布指標 SDp と数平均粒径分布指標 $SDp(D_{84}/D_{10})$ との比 $GSDn(GSDp)$ が 0.95 以上であること

を特徴とする前記(1)～(8)のいずれか1つに記載の静電荷現像用トナー。

(10) 前記トナーの形状係数 SFI (SFI : 断面の2乗/投影面積) の平均値が $110 \sim 140$ の範囲にあることを特徴とする前記(1)～(9)のいずれか1つに記載の静電荷現像用トナー。

(11) 前記静電荷現像用トナーの帯電量が $20 \sim 40 \mu C/g$ の範囲にあることを特徴とする前記(1)～(10)のいずれか1つに記載の静電荷現像用トナー。

【0024】(12) $1 \mu m$ 以下の樹脂微粒子を分散した樹脂微粒子分散液、及び着色剤粒子分散液を混合し、樹脂微粒子、着色剤粒子及び離型剤粒子の凝集粒子分散液を形成した後、前記樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に加熱して融合・合一する静電荷現像用トナーの製造方法において、前記着色剤粒子として、値が $10 \sim 50$ mg/g の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

【0025】(13) 前記樹脂微粒子分散液を形成した後、離型剤粒子分散液及び/又は表面修飾のための樹脂微粒子

を分散させた樹脂微粒子分散液を添加・混合し、前記凝集粒子表面に前記粒子を付着させ、次いで、前記凝集粒子中の樹脂微粒子及び前記表面修飾用樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に加熱して融合・合一することを特徴とする前記(12)に記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

【0026】(14) 前記凝集粒子分散液を形成するとき、少なくとも1種の金属塩の重合体を添加することを特徴とする前記(12)又は(13)に記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

(15) 前記金属塩の重合体が少なくとも1種のアルミニウム無機金属塩の重合体であることを特徴とする前記(14)記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

【0027】(16) 前記着色剤粒子として、値が $10 \sim 50$ mg/g の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(15)のいずれか1つに記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

【0028】(17) キャリアとトナーとを含有する静電荷現像剤において、前記トナーが前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の静電荷現像用トナーであることを特徴とする静電荷現像用現像剤。

(18) 前記キャリアが樹脂被覆層を有することを特徴とする前記(17)に記載の静電荷現像用現像剤。

【0029】(19) 静電荷現像担体上に静電荷像を形成する工程、現像剤担体上の現像剤及び前記静電荷像を現像してトナー画像を形成する工程、及び前記トナー画像を転写する工程を含む画像形成方法において、前記現像剤が前記(17)又は(18)に記載の静電荷現像用現像剤であることを特徴とする画像形成方法。

(20) 前記トナー画像をオイルレス定着法で定着することを特徴とする前記(19)に記載の画像形成方法。

(21) 前記転写体上のトナー画像をフッ素樹脂表面層を備えた定着ロールを用いて画像を形成することを特徴とする前記(19)又は(20)に記載の画像形成方法。

【發明の實施の形態】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0030】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0031】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0032】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0033】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0034】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0035】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0036】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0037】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0038】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0039】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0040】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0041】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0042】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0043】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0044】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0045】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0046】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0047】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0048】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0049】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0050】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0051】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0052】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0053】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0054】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0055】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0056】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0057】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0058】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0059】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0060】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0061】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0062】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0063】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0064】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0065】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_t$ (D_t : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 G (G が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあり、かつ、値が $10 \sim 50$ mg/g である) を特徴とする前記(1)～(11)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0066】
【実施例】本發明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間

18.00°の範囲にあるように調整することにより、定着シー
トの粘着性、定着後の折り曲げ特性、
トナー内顔料粒子の分散性、OHP透明性等の定着特性に優
れ、高画質の定着画像の耐久性を提供できる静電写現
像用トナーを完成するに至った。

【0033】本発明は、着色剤と結着樹脂を含有する静
電写現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた
緩和時間 $t = 10 \times D(t)$ ($D(t)$: 定着時の加熱時間)にお
ける緩和率 $G(t)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Paの範
囲、好ましくは $2.3 \times 10^2 \sim 2.8 \times 10^3$ Paの範囲に調整
するのが適当である。前記緩和時間における緩和率 $G(t)$ が 2.0×10^2 Paを下回ると、十分なトナー間の凝
集力が得られず、オフセット現象や特に低温時の粘弾不
良の原因となる。さらに、定着画像において、折り曲
げなどのストレスによる画像の欠損が発生しやすくな
る。他方、緩和率 $G(t)$ が 3.0×10^3 Paを超える
と、転写シートへの浸透性及び密着性が悪化し、十分な
定着強度が得られなくなり、また密着時のトナーの粘度
が高くなるため、表面グロス低下及び画像ムラ等の画質
低下を引き起こす要因となる。

【0032】また、本発明は動的粘弾性測定より求めた
緩和時間0.01secにおける緩和率 $G(t=0.01)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Paにあり、かつ緩和率 $G(t=0.1)$
と緩和率 $G(t=1)$ における緩和率 $G(t=0.1)$
との比 $G(t)/G(t=0.1)$ が $1.0 \sim 18.0$
の範囲にあるように調整するのが適当である。緩和率 $G(t=0.01)$ が 2.0×10^2 Paを下回ると、オフセットや
定着画像の表面欠陥等の不都合が生じ、 3.0×10^3 Paを
超えると、定着画像の光沢が得られにくいといった不都合
が生ずる。また、緩和率 $G(t)$ の比 $G(t)/G(t=0.1)$
が 1.0 を下回ると、定着画像の光沢むら
が生じやすいため、不都合が生じ、 18.0 を超えると、
定着ラチチュードが得られないといった不都合が生ず
る。緩和率 $G(t=0.01)$ の好ましい範囲は、 2.3×10^2
 $\sim 2.8 \times 10^3$ Paであり、緩和率 $G(t)$ の比 $G(t)/G(t=0.1)$
の好ましい範囲は、 $1.0 \sim 17.0$ であ
る。

【0033】本発明における緩和率 $G(t)$ 及び緩和時間
は、正弦波振動法による周波数分散測定法により測定し
た動的粘弾性から求めた。動的粘弾性の測定にはレオメ
トリクサイエンティフィック社製ARES測定装置を用い
た。動的粘弾性の測定は、トナーを線形に成形した後、
25 mm 径のバレルプレートをセットし、ノーマルフォ
ースを0とした後に $0.1 \sim 110$ rad/secの振動周波数で
正弦波振動を与えた。測定は100℃から開始し、160℃
まで段階した。測定時間インターバルは30秒、測定開始
後の温度調整精度は ± 1.0 ℃以下とした。また、測定中
各測定温度におけるひずみ量を連続的に維持し、測定定
値が得られるように適宜調整した。これらの各測定温
度において得られた測定結果より緩和率 $G(t)$ 、緩和時間

を求めた。

【0034】本発明におけるトナーの酸価は、離型剤粒
子、着色剤粒子のトナー中への内包性を向上させ、安定
させるばかりではなく、帯電性にも重要なものであり、
10～50 mg-KOHの範囲が適当である。前記酸価が10 mg-
KOH未満では、離型剤粒子、着色剤粒子の内包性、安定
性が低下しやすくなり、帯電性も低下しやすくなる。また、
50 mg-KOHを超えるると、酸価を付与する成分が炭化しや
すくなり、定着性が低下しやすくなる。

【0035】本発明の離型剤は、平均粒径が150～1500
nmの範囲の粒子として、静電写現像用トナー中に分散
させ、5～25重量%の範囲で含有させることにより、オ
イルレス定着方法における定着画像の耐擦性を向上させ
た。好ましい範囲は、平均粒径は160～1400nm、含有盛
率は7～23重量%である。本発明において離型剤粒子の破
層の脱着は、凝集粒子形成後、離型剤粒子を破層し、表
面修飾のための樹脂微粒子を被覆することが好ましい。
【0036】本発明の着色剤は、平均粒径が100～330
nmの範囲の粒子として、静電写現像用トナー中に分散さ
せ、4～15重量%の範囲で含有させることにより、着色
性はもとより、OHP透過性も優れたものとなる。好ま
しい平均粒径は120～310nmの範囲であり、好ましい含
有量は5～14重量%の範囲である。

【0037】本発明のトナーの体積平均粒径 D_{50V} を2
～9 μ mの範囲に、その体積平均粒度分布指標 SDV (q_{4V}
 $/D_{16V}$)を1.30以下に、その体積平均粒度分布指標 SDV
と数平均粒度分布指標 $GSDp$ との比 $(GSDV/SDV)$ を0.95以
上にするることにより、画質の精細性に優れた画像を形成
できる静電写現像用トナーの提供を可能にした。好まし
い範囲は、 D_{50V} が3～8 μ m、 SDV が1.0～1.28、 $(G$
 $SDV/SDV)$ の比が0.95～1.2の範囲である。

【0038】本発明のトナーの体積平均粒径 D_{50V} が2
 μ mを下回ると、トナーの帯電性が不十分となり、現像
性が低下する。また、9 μ mを超えるると、画像の解像性
が低下する。体積平均粒度分布指標 SDV が1.30を超える
と、解像性が低下し、体積平均粒度分布指標と数平均粒
度分布指標の比 $(GSDV/SDV)$ が0.95を下回ると、帯電性
が低下し、トナーの飛散、カブリ等の画像欠陥の原因と
なる。

【0039】本発明の体積平均粒径、体積平均粒度分布
指標及び数平均粒度分布指標は、例えばコールター・カウ
ンター・A-II (日科機社製)、マルチサイザー-II (日
科機社製)等の測定器を用いて測定することができる。
粒度分布は分割された粒度範囲 (チャネル) に対し、
体積、数、それぞれに小径側から累積分布を描き、累積
16%となる粒度を体積平均粒径 D_{16V} 、数平均粒径 D_{16p}
と定義し、また累積84%となる粒度を体積平均粒径
 D_{84V} 、数平均粒径 D_{84p} と定義し、これらを用いて体
積平均粒度分布指標 $GSDV$ は D_{84V}/D_{16V} より求め、数平
均粒度分布指標 $GSDp$ は D_{84p}/D_{16p} より算出した。

【0040】また、本発明のトナーの形状係数 SFI を11
0～140の範囲にすることにより、現像性、転写性に優
れた静電写現像用トナーの提供を可能にした。 SFI の好
ましい範囲は、 SFI が110～138である。上記の形状係
数 SFI は、形状係数の平均値 (周囲長の2乗/投影面
積) であり、次の方法で算出する。スライダガラス上に
散布したトナーの光学顕微鏡像をビデオカメラを通じて
ルーゼックス画像解析装置に取り込み、50個以上のトナ
ーの、周囲長の2乗/投影面積 ($0.2/\lambda$) を計算し、平均
値を求めたものである。

【0041】本発明の静電写現像用トナーの帯電量は、
20～40 μ C/gの範囲、好ましくは50～35 C/gの範囲が適
当である。帯電量が20 μ C/gを下回ると背景汚染 (カブ
リ) が発生しやすくなり、40 μ C/gを超えると画像濃度
が低下しやすくなる。また、静電写現像用トナーの夏場
 (高温高湿) における帯電量と冬場 (低温低湿) におけ
る帯電量の比は、0.5～1.5の範囲、好ましくは0.7～
1.3の範囲が適当である。この範囲を外れると帯電性
の環境依存性が強く、帯電の安定性に欠けるので実用上
好ましくない。

【0042】以下、本発明の静電写現像用トナーの製造
方法について詳述する。本発明に用いられる樹脂微粒子
は、特に制限はないが、一般に乳化重合法などによりイ
オン性界面活性剤を含有する樹脂微粒子分散液を調製し、
着色剤粒子分散液及び離型剤粒子分散液と混合し、
前記イオン性界面活性剤とは反対の極性を有するイオン
性界面活性剤によりベテロ凝集を生じさせることにより
トナー粒の凝集粒子を形成し、その後、樹脂微粒子のガ
ラス転移点以上の温度に加熱して前記凝集粒子を融合・
合一し、洗浄、乾燥してトナーを得る。なお、トナー形
状は不定形から球形までのものが好ましく用いられる。

【0043】また、前記の凝集工程において、樹脂微粒
子分散液、着色剤粒子分散液及び離型剤粒子分散液を混
合する初期の段階では、予め含極性のイオン性分散剤の
量のバランスをずらしておき、ポリ塩化アルミニウム等
の無機金属塩の重合体を添加してイオン的に中和し、そ
の後、ガラス転移点以下の温度で第1段階の母体凝集粒
子を形成し、安定した後、第2段階としてイオン性パラ
ジンスのずれを補償するような極性、量のイオン性分散
剤で処理された樹脂微粒子分散液を添加し、さらに必要に
応じて凝集粒子中の樹脂微粒子と追加樹脂微粒子に含ま
れる樹脂のガラス転移点以下でわずかに加熱して、より
高い温度で安定化させたのち、ガラス転移点以上に加熱
することにより凝集粒子の第2段階で追加した粒子を母体
凝集粒子の表面に付着させたまま重合させたものでも良
い。更にこの凝集の段階的動作は複数回、くり返し実施
してもよい。この2段階法は離型剤と着色剤の内包性を
向上させるのに有効である。

【0044】本発明の樹脂微粒子として使用する重合体
は特に制限はないが、例えば、スチレン、バククロロス

チレン、 α -メチルスチレン等のスチレン類；アクリル
酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、
アクリル酸n-ブチル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸
2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸
エチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸ラウ
リル、メタクリル酸2-エチルヘキシル等のビニル基を有す
るエステル類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル
等のビニルモノマー類；ビニルメチルエーテル、ビニル
イソブチルエーテル等のビニルエーテル類；ビニルメチ
ルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペナル
ケトン等のビニルケトン類；エチレン、プロピレン、ブ
タジエンなどのポリオレフィン類などの単量体からなる
単独重合体、又はこれらを2種以上組み合わせて得られ
る共重合体、さらにはこれら混合物を挙げることができ
る。また、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレ
タン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエー
テル樹脂等、非ビニル重合系樹脂、又は、これらと前記
ビニル系樹脂との混合物や、これらの共付下でビニル系
単量体を重合して得られるグラフト重合体等を挙げるこ
とができる。

【0045】ビニル系単量体を使用する場合は、イオン
性界面活性剤などを用いて乳化重合を実施して樹脂微粒
子分散液を作成することができる。また、その他の樹脂
の場合は、油性で水への溶解度の比較的低い溶剤に溶解
するものであれば樹脂をそれらの溶剤に溶解し水中に
イオン性の界面活性剤や高分子電解質とともにホモジナ
イザーなどの分散機で水中に微粒子として分散させ、そ
の後加熱又は減圧して溶剤を蒸発することにより、樹脂
微粒子分散液を作成することができる。これらの分散液
中の樹脂微粒子の粒径はレーザー回折式粒度分布測定装
置LA-700 (堀場製作所製) で測定した。

【0046】本発明に使用できる離型剤は、ASTM D3418
-8に準拠して測定された主体極大ピークが50～140℃の
範囲、好ましくは60～120℃の範囲にある物質が好まし
い。50℃未満であると定着時にオフセットを生じやす
くなる。また、140℃を超えると定着温度が高くなり、定
着画像表面の平滑性が得られず光沢性を損なう。前記の
主体極大ピークの測定はパーキネルマー社製のDSC-7を
用いて行なった。装置の後出部の温度補正はインジウムと
亜鉛の融点を利用して、熱量の補正は10℃/minで測定し
た。

【0047】離型剤として使用する具体的な物質を例示
すると以下のようになる。ポリエチレン、ポリプロピレ
ン、ポリブテン等の低分子量ポリオレフィン類；加熱に
より軟化点を有するシリコーン類、オレフィン酸アミド、
エポキシ酸アミド、リシンオール酸アミド、ステアリン酸ア
ミド等のような脂肪酸アミド類やカルバウワックス、ホホ
ライスワックス、キャンデリラワックス、ホロウ、ホホ

に、染料としては、塩基性、酸性、分散、直接染料等の各種染料、例えば、ニグロシン、メチレンブルー、ローズベンガル、キノリンイエロー、ウルトラマリンブルー等が挙げられる。

【0053】また、これらの着色剤は単独で、又は混合し、さらには固溶体の状態で使用できる。これらの着色剤は公知の方法で分散されるが、例えば、回転せん断型ホモジナイザー、ボールミル、サンドミル、アトライター等のメディア式分散機、高圧封向衝突式の分散機等が好ましく用いられる。

【0054】これらの着色剤は、極性を有する界面活性剤を用い、前記ホモジナイザーによって水系に分散して使用する場合があるが、その際、酸価が10～50 mgKOHを有する体積平均酸価100 ml以下の極性樹脂微粒子を0.4～10重量%、好ましくは1.2～5.0重量%の範囲で添加して着色剤を装置して使用することができる。

【0055】前記極性樹脂微粒子の酸価が10 mgKOHを下回ると、着色剤粒子のトナー中での分散性を得ることが難しく、酸価が50 mgKOHを超えると、分散性は向上するものの、前記の極性樹脂自体が高次構造を形成するため、トナーの定着性を損なうことがある。

【0056】また、前記極性樹脂微粒子の添加・付着量が0.4%を下回ると、着色剤粒子に付着するものの均一に付着することが難しく、その結果、トナー中での着色剤を好適に分散することが難しく、10%を超えると、極性樹脂微粒子同士が過剰に凝集し、定着したOHPの透明性を損なうおそれがある。

【0057】前記極性樹脂微粒子は、公知の方法で装置できる。具体的には、着色剤粒子とイオン交換水とを適宜混合し、前記の任意の分散機を用いて着色剤粒子分散液を調製した後、これに極性樹脂微粒子を添加・付着させる。また、着色剤粒子とイオン交換水とを適宜混合し、前記の任意の分散機を用いて分散させた後、前記極性樹脂微粒子を添加し、さらにホモジナイズして着色剤粒子に付着させても構わない。さらにまた、前記極性樹脂微粒子は、着色剤粒子分散液に一括して添加してもよいし、最終的に添加しても構わないが、付着性の観点から滴下しながら徐々に添加するのが好ましい。なお、この分散液中の着色剤粒子の酸価は、レーザー一回折式粒度分布測定装置M-700（堀場製作所製）で測定した。

【0058】本発明の着色剤は、色相角、彩度、明度、耐水性、OHP透過性、トナー中での分散性の観点から選択される。着色剤の添加量は、トナーの樹脂100重量%に対して1～20重量%の範囲で添加される。黒色着色剤として極性体を用いる場合には、他の着色剤とは異なり、30～100重量%の範囲で添加される。

【0059】本発明のトナーを磁性トナーとして用いる場合は、結着樹脂中に磁性粉を含有させてもよい。このような磁性粉としては、磁粉中で酸化される物質を用いる。具体的には、鉄、コバルト、ニッケル等の強磁性粉

束、又はフェライト、マグネサイト等化合物を使用できる。特に、本発明では、水中でトナーを得るために、磁性体の水層移行性に注意を払う必要があるが、好ましくは表面改質、例えば疎水化処理等を実施しておくのが好ましい。

【0060】本発明では、トナーの帯電性を一層向上させる安定化のために帯電抑制剤を配合することができる。帯電抑制剤としては4級アモニウム塩化合物、ニグロシン系化合物、アルミニウム、鉄、クロムなどの錯体からなる染料や、トリフェニルメタン系染料などを用いることができるが、凝集・融合・合一の安定性に影響するイオン強度の制御、腐食の汚染低減のために、水に溶解しにくい材料の方がよい。

【0061】本発明では、トナーの帯電性安定化のためには、超微細無機微粒子を添加することができる。無機微粒子の例としては、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸三カルシウムなど、通常トナー表面の外被剤として使用される全てものを、イオン性界面活性剤や高分子酸、高分子塩基に分散して使用することができる。

【0062】また、流動性付与クリーニング性向上の目的で、通常トナーの製造におけると同様に、トナーを乾燥した後、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウムなどの無機微粒子や、ヒュール系樹脂、ポリエステル、シリコンなどの樹脂微粒子を乾燥状態で断断力をかけてトナー表面に添加して流動性付与クリーニング剤として用いることができる。

【0063】本発明のトナーの製造方法において、樹脂微粒子の乳化成、着色剤の分散、樹脂微粒子の添加分散、糊型化分散、それらの凝集、又は、その安定化などの目的で用いる界面活性剤を例示すると、硫酸エステル塩系、スルホン酸塩系、リン酸エステル系、セッケン系等のアニオン性界面活性剤、及びアミン塩型、4級アミンモノ塩型等のカチオン性界面活性剤を使用することにより、アルコニウム塩型等の両性界面活性剤を併用することも効果的である。これらの分散手段としては、回転剪断型ホモジナイザーやメディアを有するボールミル、サンドミル、ダイノミルなどの一般的なものを使用できる。

【0064】また、本発明では、極性樹脂微粒子で装置した着色剤粒子を用いる場合、樹脂と着色剤を溶解（水、界面活性剤、アルコールなど）中に溶解分散した後、上記のより適当な分散剤（活性剤を含む）と共に水中に分散させ、加熱、減圧して溶剤を除去して得る方法や、乳化混合により作成された樹脂微粒子表面に機械的な断断力、又は電気的な吸着力で着色剤粒子を固定化する方法などを採用することができる。これらの方法は、凝集粒子に添加される着色剤の遊離を抑制したり、帯電性の着色剤残留性を改善することに有効である。

【0065】本発明では、融合・合一の終了後、任意の洗浄工程、固液分離工程、乾燥工程を経て所望のトナーを得ることができるが、洗浄工程は、帯電性を発現・維持するため、十分にイオン交換水による量洗浄を施すことが好ましい。また、固液分離工程は、特に制御はないが、生産性の点から吸引透過、加圧透過等が好ましく用いられる。さらに乾燥工程も特に制御はないが、生産性の点から減圧乾燥、フラッシュジェット乾燥、流動乾燥、振動型流動乾燥等が好ましく用いられる。

【0066】以上、本発明について説明した。本発明の特に好ましい態様を説明すると以下のとおりである。本発明は、少なくとも1μm以下の樹脂微粒子を分散した樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液及び陰性剤粒子分散液を形成した後、これらを前記樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度で加熱して融合・合一して得られる静電荷現像用トナーにおいて、トナー酸価を10～50 mg-NaOHとし、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $\tau=10 \times D \times t$ (D:定着時の加熱時間)における緩和弾性率G(t)が

2.0 × 10² ～ 3.0 × 10³ Paの範囲にあるか、動的粘弾性測定より求めた緩和時間0.01secにおける緩和弾性率G(t=0.01)が2.0 × 10² ～ 3.0 × 10⁴ Paの範囲にあり、かつ緩和弾性率G(t=0.01)と緩和時間0.1secにおける緩和弾性率G(t=0.1)との比G(t) [G(t=0.01)/G(t=0.1)]が1.0 ～ 18.0の範囲にあることにより、糊型性、定着後付着性、定着後折り曲げ耐性、トナー内糊型OR)分散性、QEP 透明性等の定着特性に優れ、高画質定着画像耐久性を有する静電荷現像用トナー、及びその製造方法を特徴とする。

【0067】即ち、少なくとも1μm以下の樹脂微粒子を分散した樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液、及び陰性剤粒子分散液を加えて混合し、無機金属の重合体を添加して樹脂微粒子と着色剤粒子の凝集体形成した後、アルカリ下で前記凝集体を停止し、次いで、これらを前記樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度で加熱して融合・合一して得られる静電荷現像用トナーにおいて、トナー酸価を10～50 mg-NaOHとし、透過型電子顕微鏡(TEM)により測定される着色剤粒子の中心粒径を100～330 nmの範囲に着色剤粒子を分散した状態で4～15重量%の範囲で含有させ、かつ動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $\tau=10 \times D \times t$ (D:定着時の加熱時間)における緩和弾性率G(t)が2.0 × 10² ～ 3.0 × 10³ Paの範囲にあるか、動的粘弾性測定より求めた緩和時間0.01secにおける緩和弾性率G(t=0.01)と緩和時間0.1secにおける緩和弾性率G(t=0.1)との比G(t) [G(t=0.01)/G(t=0.1)]が1.0 ～ 18.0の範囲にあることにより、糊型性、定着後付着性、定着後折り曲げ耐性、トナー内糊型OR)分散性、QEP 透明性等の定着特性に優れ、高画質定着画像耐久性を有する静電荷現像用トナー、及びその製造方法を特徴とする。

【0068】また、流動性付与クリーニング性向上の目的で、通常トナーの製造におけると同様に、トナーを乾燥した後、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウムなどの無機微粒子や、ヒュール系樹脂、ポリエステル、シリコンなどの樹脂微粒子を乾燥状態で断断力をかけてトナー表面に添加して流動性付与クリーニング剤として用いることができる。

【0069】また、流動性付与クリーニング性向上の目的で、通常トナーの製造におけると同様に、トナーを乾燥した後、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウムなどの無機微粒子や、ヒュール系樹脂、ポリエステル、シリコンなどの樹脂微粒子を乾燥状態で断断力をかけてトナー表面に添加して流動性付与クリーニング剤として用いることができる。

【0070】また、流動性付与クリーニング性向上の目的で、通常トナーの製造におけると同様に、トナーを乾燥した後、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウムなどの無機微粒子や、ヒュール系樹脂、ポリエステル、シリコンなどの樹脂微粒子を乾燥状態で断断力をかけてトナー表面に添加して流動性付与クリーニング剤として用いることができる。

【0071】また、流動性付与クリーニング性向上の目的で、通常トナーの製造におけると同様に、トナーを乾燥した後、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウムなどの無機微粒子や、ヒュール系樹脂、ポリエステル、シリコンなどの樹脂微粒子を乾燥状態で断断力をかけてトナー表面に添加して流動性付与クリーニング剤として用いることができる。

【0072】また、流動性付与クリーニング性向上の目的で、通常トナーの製造におけると同様に、トナーを乾燥した後、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウムなどの無機微粒子や、ヒュール系樹脂、ポリエステル、シリコンなどの樹脂微粒子を乾燥状態で断断力をかけてトナー表面に添加して流動性付与クリーニング剤として用いることができる。

【0073】また、流動性付与クリーニング性向上の目的で、通常トナーの製造におけると同様に、トナーを乾燥した後、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウムなどの無機微粒子や、ヒュール系樹脂、ポリエステル、シリコンなどの樹脂微粒子を乾燥状態で断断力をかけてトナー表面に添加して流動性付与クリーニング剤として用いることができる。

【0074】また、流動性付与クリーニング性向上の目的で、通常トナーの製造におけると同様に、トナーを乾燥した後、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウムなどの無機微粒子や、ヒュール系樹脂、ポリエステル、シリコンなどの樹脂微粒子を乾燥状態で断断力をかけてトナー表面に添加して流動性付与クリーニング剤として用いることができる。

【0075】また、流動性付与クリーニング性向上の目的で、通常トナーの製造におけると同様に、トナーを乾燥した後、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウムなどの無機微粒子や、ヒュール系樹脂、ポリエステル、シリコンなどの樹脂微粒子を乾燥状態で断断力をかけてトナー表面に添加して流動性付与クリーニング剤として用いることができる。

【0076】また、流動性付与クリーニング性向上の目的で、通常トナーの製造におけると同様に、トナーを乾燥した後、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウムなどの無機微粒子や、ヒュール系樹脂、ポリエステル、シリコンなどの樹脂微粒子を乾燥状態で断断力をかけてトナー表面に添加して流動性付与クリーニング剤として用いることができる。

【0077】また、流動性付与クリーニング性向上の目的で、通常トナーの製造におけると同様に、トナーを乾燥した後、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウムなどの無機微粒子や、ヒュール系樹脂、ポリエステル、シリコンなどの樹脂微粒子を乾燥状態で断断力をかけてトナー表面に添加して流動性付与クリーニング剤として用いることができる。

実施例1の着色剤分散液の調製1において、極性樹脂微粒子分散液の添加量を0.47重量部から5.0重量部に変更し、着色剤量を15重量%とした以外は、実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒度 D_{50} をコーンカウンターで測定したところ5.7 μm 、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} は1.19であった。また、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} と数平均粒度分布指標 GS_{Dp} との比 (GS_{Dp}/GS_{Dp}) は1.03であった。

【0098】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は131で丸みを帯びたポタト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が分散されており、その算術平均中心粒度は240 nm、着色剤粒子の中心粒度は160 nmであり、着色剤粒子分散液の分散系はほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ49.9mgKOHであった。

【0099】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は130で丸みを帯びたポタト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒度は255 nm、着色剤粒子の中心粒度は196 nmであり、着色剤粒子分散液の分散系はほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ19mgKOHであった。

【0098】さらに、動的粘弾性測定より求めた、定着時間31msec、定着温度160℃における線弾性率 G' (t)が $6.1 \times 10^2 \text{ Pa}$ であり、線弾性率 G'' (t)が $9.8 \times 10^3 \text{ Pa}$ であり、線弾性率 G' (t)と線弾性率 G'' (t)との比 G'/G'' が5.0であった。トナー内部において着色剤粒子、離型剤粒子の構造が形成されていないことが明らかにされた。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で $-29 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH環境で $-33 \mu\text{C/g}$ 、さらに、28℃、85%RH環境でも $-27 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0099】(実施例6)

実施例1において、着色剤分散液を調製1から調製4で調製したものに、着色剤量を5重量%とした以外は、実施例1と同様にトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒度 D_{50} をコーンカウンターで測定したところ6.5 μm 、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} は1.24であった。また、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} と数平均粒度分布指標 GS_{Dp} との比 (GS_{Dp}/GS_{Dp}) は1.25であった。

【0100】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は131で丸みを帯びたポタト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒度は260 nm、着色剤粒子の中心粒度は122 nmであった。

【0095】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間28 msec、定着温度150℃における線弾性率 G' (t)が $4.3 \times 10^2 \text{ Pa}$ であり、線弾性率 G'' (t)が $9.8 \times 10^3 \text{ Pa}$ であり、線弾性率 G' (t)と線弾性率 G'' (t)との比 G'/G'' が5.0であった。

1 nmであり、着色剤粒子分散液の分散系はほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ22mgKOHであった。

【0101】さらに、動的粘弾性測定より求めた、定着時間60 msec、定着温度150℃における線弾性率 G' (t)が $8.0 \times 10^2 \text{ Pa}$ であり、線弾性率 G'' (t)が $3.6 \times 10^3 \text{ Pa}$ であり、線弾性率 G' (t)と線弾性率 G'' (t)との比 G'/G'' が4.3であった。トナー内部において着色剤粒子、離型剤粒子の構造が形成されていないことが明らかにされた。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で $-25 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH環境でも $-22 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0102】(実施例7)

実施例1の着色剤分散液を調製1で作製したものを、定着条件を97℃、3時間を41℃、16時間に変更した以外は、実施例1と同様にトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒度 D_{50} をコーンカウンターで測定したところ4.1 μm 、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} は1.23であった。また、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} と数平均粒度分布指標 GS_{Dp} との比 (GS_{Dp}/GS_{Dp}) は1.29であった。

【0103】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は129で丸みを帯びたポタト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒度は180 nm、着色剤粒子の中心粒度は115 nmであり、着色剤粒子分散液の分散系はほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ17mgKOHであった。

【0104】さらに、動的粘弾性測定より求めた、定着時間40 msec、定着温度150℃における線弾性率 G' (t)が $9.2 \times 10^2 \text{ Pa}$ であり、線弾性率 G'' (t)が $2.1 \times 10^3 \text{ Pa}$ であり、線弾性率 G' (t)と線弾性率 G'' (t)との比 G'/G'' が1.1であった。トナー内部において着色剤粒子、離型剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒度は730 nm、着色剤粒子の中心粒度は188 nmであり、着色剤粒子分散液の分散系はほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ17mgKOHであった。

【0105】(実施例8)

実施例1の着色剤分散液の調製1において、着色剤分散液の配合量を80重量部から15重量部に、極性樹脂微粒子分散液の添加量を0.47重量部から2.5重量部に変更した以外は、実施例1と同様にトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒度 D_{50} をコーンカウンターで測定したところ5.8 μm 、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} は1.50

23であった。また、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} と数平均粒度分布指標 GS_{Dp} との比 (GS_{Dp}/GS_{Dp}) は0.96であった。

【0106】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は130で丸みを帯びたポタト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が分散されており、その算術平均中心粒度は270 nm、着色剤粒子の中心粒度は183 nmであり、着色剤粒子分散液の分散系はほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ14mgKOHであった。

【0107】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間48 msec、定着温度160℃における線弾性率 G' (t)が $7.8 \times 10^2 \text{ Pa}$ であり、線弾性率 G'' (t)が $6.3 \times 10^3 \text{ Pa}$ であり、線弾性率 G' (t)と線弾性率 G'' (t)との比 G'/G'' が3.2であり、トナー内部において着色剤粒子、離型剤粒子の構造が形成されていないことが明らかにされた。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で $-28 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH環境で $-30 \mu\text{C/g}$ 、さらに、28℃、85%RH環境でも $-25 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0108】(実施例9)

実施例1において、定着条件を51℃、60分から61℃、60分に、定着終了時の系内のpHを6.5から6.8に、融合・合一条件を97℃、3時から99℃、10時間に変更した以外は、実施例1と同様にトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒度 D_{50} をコーンカウンターで測定したところ7.4 μm 、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} は1.22であった。また、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} と数平均粒度分布指標 GS_{Dp} との比 (GS_{Dp}/GS_{Dp}) は1.14であった。

【0109】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は118で丸みを帯びたポタト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒度は730 nm、着色剤粒子の中心粒度は188 nmであり、着色剤粒子分散液の分散系はほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ17mgKOHであった。

【0110】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間35 msec、定着温度150℃における線弾性率 G' (t)が $7.2 \times 10^2 \text{ Pa}$ であり、線弾性率 G'' (t)が $5.1 \times 10^3 \text{ Pa}$ であり、線弾性率 G' (t)と線弾性率 G'' (t)との比 G'/G'' が1.30であり、トナー内部において着色剤粒子、離型剤粒子の構造が形成されていないことが明らかにされた。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で $-27 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH環境で $-29 \mu\text{C/g}$ 、さらに、28℃、85%RH環境

性率 $G(t=0.01)$ が 9.6×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G(t=0.01)$ の比 $G(t)$ は10.7であって、トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成されていことが明らかにされた。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH 環境で $26 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH 環境で $28 \mu\text{C/g}$ 、さらに、23℃、85%RH 環境でも $25 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【01117】(実施例12)

実施例11において、離形剤分散液の添加量を50重量部から5重量部に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒度 D_{50} をコーラルカウンターで測定したところ $6.1 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} は1.21であった。また、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} と数平均粒度分布指標 GS_{Dp} との比 (GS_{Dp}/GS_{Dp}) は1.11であった。

【01118】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は129で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離形剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒度は240 nm、着色剤粒子の中心粒度は173 nmであり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの帯電性を測定したところ12mgKOHであった。

【01119】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間40 msec、定着温度160℃における緩和弾性率 $G(t)$ が 9.6×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G(t=0.01)$ の比 $G(t)$ は3.4であって、トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成されていないことが明らかにされた。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH 環境で $27 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH 環境で $28 \mu\text{C/g}$ 、さらに、23℃、85%RH 環境でも $27 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【01120】(比較例1) 実施例1において、着色剤分散液を省略しから図2(着色剤への極性相分散剤の被覆を省略)で作製したものに代えては実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒度 D_{50} をコーラルカウンターで測定したところ $6.8 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} は1.22であった。また、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} と数平均粒度分布指標 GS_{Dp} との比 (GS_{Dp}/GS_{Dp}) は1.01であった。

【01121】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は133で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離形剤粒子が一部凝集しており、その算術平均中心粒度は190 nm、着色剤粒子の中心粒度は270 nmであった。

【01122】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間45 msec、定着温度150℃における緩和弾性率 $G(t)$ が 1.7×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾

性率 $G(t=0.01)$ が 9.6×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G(t=0.01)$ の比 $G(t)$ は10.7であって、トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成されていことが明らかにされた。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH 環境で $24 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH 環境で $39 \mu\text{C/g}$ 、さらに、23℃、85%RH 環境でも $26 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【01123】(比較例2) 実施例1において、着色剤分散液(図2)の添加量を80重量部から16.5重量部に、樹脂分散剤分散液の添加量を60重量部から15重量部に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒度 D_{50} をコーラルカウンターで測定したところ $8.1 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} は1.25であった。また、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} と数平均粒度分布指標 GS_{Dp} との比 (GS_{Dp}/GS_{Dp}) は1.27であった。

【01124】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は140で不定形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離形剤粒子が分散されていたが、極性相分散剤の凝集体が生じていた。また、離形剤の算術平均中心粒度は270 nm、着色剤粒子の中心粒度は191 nmであり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの帯電性を測定したところ16mgKOHであった。

【01125】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間27 msec、定着温度150℃における緩和弾性率 $G(t)$ が 5.3×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G(t=0.01)$ の比 $G(t)$ は25.5であって、この緩和弾性率 $G(t=0.01)$ と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 $G(t=0.1)$ の比 $G(t)$ は25.5であって、このトナーの帯電性を測定したところ、23℃、60%RH 環境で $41 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH 環境で $53 \mu\text{C/g}$ 、さらに、23℃、85%RH 環境でも $18 \mu\text{C/g}$ を示した。

【01126】(比較例3) 実施例1の着色剤分散液の調製において、樹脂分散剤分散液の添加量を60重量部から2重量部に、樹脂分散剤分散液の添加量を3.6に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒度 D_{50} をコーラルカウンターで測定したところ $9.2 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} は1.27であった。また、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} と数平均粒度分布指標 GS_{Dp} との比 (GS_{Dp}/GS_{Dp}) は1.34であった。

【01127】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形

形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は108で球形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離形剤粒子が一部凝集しており、その算術平均中心粒度は2730 nmであった。なお、着色剤粒子の中心粒度は370 nmであった。このトナーの帯電性を測定したところ16mgKOHであった。

【01128】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間40 msec、定着温度160℃における緩和弾性率 $G(t)$ が 3.4×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G(t=0.01)$ が 8.1×10^4 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G(t=0.01)$ と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 $G(t=0.1)$ の比 $G(t)$ は0.9であった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH 環境で $-30 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH 環境で $-62 \mu\text{C/g}$ 、さらに、23℃、85%RH 環境でも $-26 \mu\text{C/g}$ を示した。

【01129】(比較例4) 実施例1において、離形剤分散液の添加量を50重量部から27重量部に、凝集終了時の μH を6.5から7.2に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒度 D_{50} をコーラルカウンターで測定したところ $7.3 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} は1.31であった。また、体積平均粒度分布指標 GS_{Dp} と数平均粒度分布指標 GS_{Dp} との比 (GS_{Dp}/GS_{Dp}) は1.25であった。

【01130】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は145で不定形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離形剤が一部凝集しており、その算術平均中心粒度は1650 nmであった。また、着色剤粒子の中心粒度は90 nmであり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの帯電性を測定したところ19mgKOHであった。

【01131】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間10 msec、定着温度160℃における緩和弾性率 $G(t)$ が 3.1×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G(t=0.01)$ が 9.3×10^4 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G(t=0.01)$ と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 $G(t=0.1)$ の比 $G(t)$ は30.0であり、トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成されていることが明らかにされた。このトナーの帯電性を測定したところ、23℃、60%RH 環境で $-17 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH 環境で $-21 \mu\text{C/g}$ 、さらに、23℃、85%RH 環境で $-14 \mu\text{C/g}$ と低い帯電性を示した。

【01132】(比較例5) 実施例1において、離形剤分散液の添加量を50重量部から3.5重量部に、凝集条件を51℃、60分から41℃、30分に、融合・合・温度を97℃から43℃に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒度 D_{50} をコーラルカウンターで測定したところ $2.7 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分

	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8
定着時間 (sec)	28	31	60	40	48
定着温度 (°C)	150	150	150	150	150
緩和解性率 (%)	4.3×10^4	6.1×10^4	8.0×10^4	9.2×10^4	7.8×10^4
緩和解性率 (t=0.01)	2.2×10^4	9.8×10^3	3.6×10^4	2.1×10^4	6.3×10^3
G(t=0.01)/G(t=0.1)	6.0	5.0	4.3	1.1	3.2
トナーの粒径 (μm)	19	19	22	17	14
解型剤の中心粒径 (μm)	250	255	250	180	270
含有量 (重量%)	10	10	10	10	10
着色剤の中心粒径 (μm)	172	196	121	115	153
含有量 (重量%)	4.5	6.5	5	5	6
トナーのD ₅₀	5.9	6.1	6.5	4.1	5.8
GSD	1.18	1.22	1.24	1.23	1.23
GSD/GSDp	1.09	0.94	1.25	1.29	0.96
トナーのSP1	134	130	131	129	130
トナーの帯電量 (μC/g)					
23°C68%RH	-28	-29	-25	-25	-28
10°C30%RH	-30	-33	-25	-25	-30
28°C85%RH	-25	-27	-22	-22	-25
剥離力F	16	18	15	18	10
オフセット温度 (°C)	200 超	200 超	200 超	200 超	200 超
折り曲げ耐性	G1	G1	G1	G1	G1
画像の鮮明性	○	○	○	○	○
トナー飛散	○	○	○	○	○
カブリ	○	○	○	○	○
OHP透明性	○	○	○	○	○
解型剤分散性	○	○	○	○	○
着色剤分散性	○	○	○	○	○
表面光沢性	○	○	○	○	○

[0143]

[表3]

	実施例9	実施例10	実施例11	実施例12
定着時間 (sec)	35	25	45	60
定着温度 (°C)	150	150	150	150
緩和解性率 (%)	7.2×10^4	2.0×10^4	1.7×10^4	9.6×10^4
緩和解性率 (t=0.01)	5.1×10^4	2.4×10^4	9.6×10^3	6.8×10^4
G(t=0.01)/G(t=0.1)	1.3	1.1	10.1	3.4
トナーの粒径 (μm)	17	16	21	12
解型剤の中心粒径 (μm)	730	730	350	240
含有量 (重量%)	10	10	5.2	10
着色剤の中心粒径 (μm)	188	188	197	173
含有量 (重量%)	6.5	6	6.5	6.5
トナーのD ₅₀	7.4	6.2	9.0	6.1
GSD	1.22	1.21	1.24	1.21
GSD/GSDp	1.14	0.98	0.86	1.11
トナーのSP1	118	134	137	129
トナーの帯電量 (μC/g)				
23°C68%RH	-27	-26	-26	-27
10°C30%RH	-29	-29	-28	-28
28°C85%RH	-23	-24	-25	-27
剥離力F	8	7	12	22
オフセット温度 (°C)	200 超	200 超	200 超	200 超
折り曲げ耐性	G2	G2	G2	G1
画像の鮮明性	○	○	○	○
トナー飛散	○	○	○	○
カブリ	○	○	○	○
OHP透明性	○	○	○	○
解型剤分散性	○	○	○	○
着色剤分散性	○	○	○	○
表面光沢性	○	○	○	○

[0144]

[表4]

